

Use of glycerol carbonate for controlled gelling of aqueous alkali metal silicate solutions, especially useful for soil consolidation or soil or canal wall sealing

Patent number: DE10112993
Publication date: 2002-09-19
Inventor: SLADEK HANS-JUERGEN (DE); WOLLENWEBER HORST-WERNER (DE)
Applicant: COGNIS DEUTSCHLAND GMBH (DE)
Classification:
- **international:** C09K17/12; C09K17/02; (IPC1-7): C01B33/14; C09K17/12
- **european:** C09K17/12
Application number: DE20011012993 20010317
Priority number(s): DE20011012993 20010317

[Report a data error here](#)

Abstract of DE10112993

Glycerol carbonate used for controlled gelling of aqueous alkali metal silicate solutions. Independent claims are included for: (1) a composition comprising an aqueous alkali metal silicate solution and glycerol carbonate; and (2) a method for controlled gelling of water-glass solutions, comprising adding 5-15 wt.% glycerol carbonate to a solution comprising 10-90 wt.% water-glass and 5-75 wt.% water.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

Best Available Copy

Abstract attached



⑮ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 101 12 993 A 1**

⑤① Int. Cl.⁷:
C 01 B 33/14
C 09 K 17/12

⑳ Aktenzeichen: 101 12 993.9
㉔ Anmeldetag: 17. 3. 2001
㉕ Offenlegungstag: 19. 9. 2002

DE 101 12 993 A 1

⑦① Anmelder:
Cognis Deutschland GmbH & Co. KG, 40589
Düsseldorf, DE

⑦② Erfinder:
Sladek, Hans-Jürgen, 47800 Krefeld, DE;
Wollenweber, Horst-Werner, Dr., 40597 Düsseldorf,
DE

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

- ⑤④ Verfahren zur Vergelung von wässrigen Alkalisilikatlösungen
- ⑤⑦ Die Kombination von wässrigen Alkalimetallsilikatlösungen mit Glycerincarbonat führt zu schnell und kontrollierbar vergelenden Systemen, die sich z. B. zur Verfestigung von Böden eignen.

DE 101 12 993 A 1

Best Available Copy

- [0001] Die vorliegende Erfindung betrifft alkalisisilicathaltige Mittel zur Verfestigung von Böden, ein Verfahren zur Verfestigung von Böden, was derartige Mittel nutzt sowie die Verwendung von Glycerincarbonaten zur Vergelung von wässrigen Alkalisisilikatlösungen.
- [0002] Zur Verfestigung von Böden, beispielsweise zum Schutz gegen Wind- und Wassererosion, auch zum Schutz von Steilhängen, werden seit langer Zeit wässrige Alkalisisilikatlösungen eingesetzt. Diese werden auf die Bodenoberfläche aufgebracht oder in die Bodenkrume injiziert und verfestigen dort, wobei sie die schütterere Bodenkrume durch Bildung eines Alkalisisilikatfilms, d. h. die Ausbildung der kolloiden Kieselsäure, verfestigen. Um eine möglichst schnelle Vergelung und damit eine Verfestigung des Bodens zu erzielen, werden dem wässrigen Wasserglas Lösungen sauer reagierende Reagenzien, beispielsweise Bernsteinsäure oder Lipinsäure und deren Derivate, zugesetzt, die eine Vergelung und Verfestigung innerhalb von 45 bis 60 Minuten ermöglichen. Weitere übliche Mittel um die Wasserglasvergelung herbeizuführen sind allgemein saure Salze, vorzugsweise Phosphate oder Ammoniumsalze, schwache Säuren, aber auch Propylencarbonat bzw. Ethylencarbonat. Häufig ist es bevorzugt, die Vergelungszeiten zu verkürzen, beispielsweise dann wenn Baugruben gegen eindringendes Grundwasser abgedichtet werden sollen. Hier sind Vergelungszeiten von unter 10 Minuten gefordert. Weiterhin treten bei höheren Konzentrationen an sauren Substanzen Probleme mit deren Löslichkeit in der wässrigen Alkalisisilikat-Lösung auf. Dies führt zu unkontrollierbaren Vergelungen, deren zeitlicher Ablauf nicht mehr abgeschätzt oder vorhergesagt werden kann. Der Einsatz von herkömmlichen Alkalisisilikatlösungen führt auch nicht immer zu gewünschten kurzen Vergelungszeiten oder bei Einsatz entsprechend sauer reagierender Reagenzien treten ökologische Probleme auf, da diese ins Grundwasser eintreten können. Vielfach wird damit der relativ preiswerten Verfestigung des Erdreichs mit Alkalisisilikatlösungen der teureren aber ökologisch unbedenklicheren Vereisung des Erdreichs der Vorzug gegeben.
- [0003] Es ist daher ein ständiges Bedürfnis der Fachwelt, preiswertere Verfahren zur Oberflächenverfestigung bereitzustellen, welche die Nachteile der herkömmlichen Alkalisisilikatmethoden vermeiden.
- [0004] Es wurde nun gefunden, daß Mischungen aus Alkalisisilikat und Wasser mit speziell ausgewählten Carbonaten die oben gestellten Aufgaben lösen.
- [0005] Gegenstand der vorliegenden Anmeldung ist daher in einer ersten Ausführungsform ein Mittel, welches eine wässrige Alkalisisilikatlösung enthält und dadurch gekennzeichnet ist, daß es zusätzlich noch Glycerincarbonat enthält.
- [0006] Glycerincarbonat selbst ist eine bekannte Substanz, die beispielsweise durch Veresterung von Glyceriden mit Dialkylcarbonaten hergestellt werden kann. Aus der EP 0 955 298 ist auch ein Verfahren bekannt, bei dem Glycerin mit Harnstoff in Gegenwart geeigneter Katalysatoren zu Glycerincarbonat umgesetzt wird. Ein ähnliches Verfahren beschreibt die WO 00/50415. Aus der EP 0 582 201 ist ein Verfahren zur Herstellung von Glycerincarbonat bekannt, wobei das Glycerin mit Kohlenmonoxid und Sauerstoff in Gegenwart von Katalysatoren der (I), (II) und (VIII) Nebengruppe des Periodensystems bei Temperaturen von 0 bis 180° Grad umgesetzt werden.
- [0007] Es ist im Sinne der vorliegenden technischen Lehre bevorzugt, das Glycerincarbonat in Mengen von 1 bis 25 Gew.-%, vorzugsweise 5 bis 20 Gew.-% und insbesondere von 8 bis 15 Gew.-% jeweils auf das wässrige Mittel einzusetzen.
- [0008] Der zweite wirksame Inhaltsstoff der erfindungsgemäßen Mittel sind an sich bekannte Alkalisisilikatlösungen, vorzugsweise Wassergläser. Wasserglas ist bekanntlich im Schmelzfluß erstarrtes, glasiges, wasserlösliches Kalium- und/oder Natriumsilicate (Salze von Kieselsäuren) oder deren viskose wässrige Lösung. Beim Wasserglas kommen 2-4 Mol SiO_2 auf 1 Mol Alkalioxid, weshalb die Natron- u. Kali-Wassergläser üblicherweise auch durch das Massen- od. Molverhältnis $\text{SiO}_2/\text{Alkalioxid}$ sowie die D. (z. T. noch in Baume-Graden) der wässrigen Lösungen charakterisiert werden. Sie enthalten wegen Hydrolyse in der Hauptsache Hydrogensalze wie M_3HSiO_4 , $\text{M}_4\text{H}_2\text{SiO}_4$ u. MH_3SiO_4 (mit $\text{M} = \text{K}$ od. Na). Die Wassergläser sind in reinem Zustand durchsichtige, farblose, als techn. Produkte durch Spuren von Eisen bläulich bis grünlich od. auch gelblich bis braun gefärbte Gläser, die mit Wasser bei erhöhter Temperatur und Druck kolloidale klare, stark alkalisch reagierende Lösungen bilden. In kaltem Wasser sind Wassergläser unlöslich, durch das CO_2 der Luft werden sie allmählich neutralisiert, wobei je nach Konzentration Sole, Gele od. Fällungen von Kieselsäure entstehen. Durch Zusatz von Säuren wird Kieselsäure zunächst in Form von Polykieselsäuren als klares bis milchig trübes Kieselöl erhalten, welches sich rasch unter weiterer Wasserabspaltung u. Ausbildung von Si-O-Si-Brücken zum Kieselgel vernetzt.
- [0009] In den erfindungsgemäßen Mitteln sind vorzugsweise Alkalisisilikate in Mengen von 30 bis 80 Gew.-% Trockensubstanz Alkalisisilikat enthalten. Die Mittel enthalten weiterhin Wasser in Mengen von 10 bis 90 Gew.-%.
- [0010] Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Anmeldung betrifft ein Verfahren zur kontrollierten Vergelung von wässrigen Wasserglaslösungen, die 10 bis 80 Gew.-% Wasserglas sowie 5 bis 85 Gew.-% Wasser enthalten, indem man zu den Lösungen Glycerincarbonat im Mengen von 5 bis 15 Gew.-% zugibt. Im vorliegenden erfindungsgemäßen Verfahren wird das Glycerincarbonat eingesetzt, um die gesteuerte Vergelung des Alkalisisilikats zu ermöglichen. Das heißt, das derartige Mittel nach einer vorhersagbaren Zeit vergelen und diese Zeit je nach Konzentration an Wasserglas auf der einen und Glycerincarbonat auf der anderen Seite, vorhersagbar eingestellt werden kann. Derartig konfektionierte Alkalisisilikatlösungen vergelen, vorzugsweise zwischen einer Zeit von 1 bis 3 Minuten. es können aber auch Zeiten von mehreren Stunden eingestellt werden. Je höher der Anteil an Wasser, desto längere Vergelungszeiten werden erzielt. Dabei werden kurze Vergelungszeiten vorzugsweise bei Mengenverhältnissen zwischen Wasserglas und Carbonat im Bereich von 10 : 1 bis 5 : 1 erzielt, wohingegen bei Verhältnissen bevorzugt im Bereich von 2 : 1 bis 1 : 1 lange Vergelungszeiten erzielt werden.
- [0011] Vorteilhaft ist es, daß die Mittel 70 bis 80 Gew.-% Wasserglas, 10 bis 15 Gew.-% Wasser und 5 bis 10 Gew.-% an Glycerincarbonat. Um eine vorzeitige Vergelung zu verhindern, werden die entsprechenden erfindungsgemäßen Mittel erst kurz vor deren Einsatz am Einsatzort zusammengemischt, was leicht durch zu der Bautechnik übliches Gerät möglich ist.
- [0012] Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Anmeldung betrifft ein Verfahren zur Verfestigung von Böden, wo-

bei man ein wässriges Mittel enthaltend Alkalimetallsilikate in Kombination mit Glycerincarbonat unter Druck in den Boden injiziert. Die Bodenbehandlung kann dabei an sich in der dem Fachmann bekannter Art und Weise erfolgen. Besonders bevorzugt ist die Verwendung der entsprechenden Mittel bei der Verfestigung von feuchten und wasserhaltigen Böden, wobei hier insbesondere an Deichanlagen etc. zu denken ist. Andere Einsatzgebiete liegen in der Verfestigung von Langformen aus Sand wie sie beispielsweise in der Gießerei häufig eingesetzt werden. Auch zur Abdichtung von Böden oder Kanalwänden eignen sich die vorliegenden erfindungsgemäßen Mittel. Ganz prinzipiell wird beansprucht, daß die Verwendung von Glycerincarbonat geeignet ist, um Alkalimetallsilikate in wässriger Lösung zu vergelen.

Beispiele

[0013] Zur Demonstration der erfindungsgemäßen Lehre wurden verschiedene Wasserglaslösungen (Wasserglas 37/40 Fa. Cognis) hergestellt und diese mit Glycerincarbonat (GC) versetzt. Die Vergelungszeiten finden sich in der Tabelle 1, die Mengenangaben beziehen sich auf Gew.-%.

Tabelle 1

Wasserglas*	Wasser	GC	Vergelungszeit
50	40	10	60 sec.
50	45	5	2 min 30 sec
5	90	5	25 min

* Trockensubstanz

Patentansprüche

1. Mittel enthaltend eine wässrige Alkalisilikatlösung, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Mittel zusätzlich noch Glycerincarbonat enthalten.
2. Mittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß es als Alkalisilikat Wasserglas enthält.
3. Mittel nach den Ansprüchen 1 bis 2, dadurch gekennzeichnet, daß es Glycerincarbonat in Mengen von 1 bis 25, vorzugsweise 5 bis 20 und insbesondere von 8 bis 15 Gew.-%, bezogen auf das wässrige Mittel enthält.
4. Mittel nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß es Alkalisilikate in Mengen von 30 bis 80 Gew.-% Trockensubstanz Alkalisilikat, enthält.
5. Mittel nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß es Wasser in Mengen von 10 bis 90 Gew.-% enthält.
6. Verfahren zur Verfestigung von Böden, dadurch gekennzeichnet, daß man ein wässriges Mittel gemäß Anspruch 1 unter Druck in den Boden injiziert.
7. Verfahren zur Abdichtung von Böden oder Kanalwänden, dadurch gekennzeichnet, daß man ein wässriges Mittel gemäß Anspruch 1 auf den Boden bzw. die Kanalwand aufbringt.
8. Verwendung von Glycerincarbonaten zur kontrollierten Vergelung von wässrigen Alkalisilikatlösungen.
9. Verfahren zur kontrollierten Vergelung von Wasserglaslösungen, dadurch gekennzeichnet, daß man zu Wasserglaslösungen die 10 bis 90 Gew.-% Wasserglas sowie 5 bis 75 Gew.-% Wasser enthalten, Glycerincarbonat im Mengen von 5 bis 15 Gew.-% zugibt.